R DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEÏT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro





(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 18. Dezember 2003 (18.12.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 03/103828 A1

(51) Internationale Patentklassifikation7:

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP03/06101

B01J 19/00

(22) Internationales Anmeldedatum:

11. Juni 2003 (11.06.2003)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

102 25 930.5

11. Juni 2002 (11.06.2002) DE

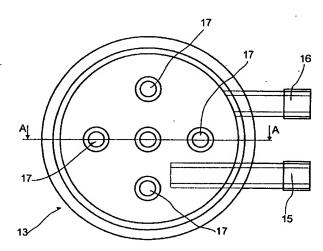
(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KOLTZEN-BURG, Sebastian [DE/DE]; Pommernstrasse 7, 67125 Dannstadt-Schauernheim (DE). BENTZ, Stefan [DE/DE]; Danziger Platz 5, 67059 Ludwigshafen (DE). FIEBRANZ, Axel [DE/DE]; Hauptstr. 76, 67159 Friedelsheim (DE). RÖDEL, Harald [DE/DE]; Medardusring 68, 67112 Mutterstadt (DE).
- ISENBRUCK, Günter: Isenbruck Bösl (74) Anwalt: Hörschler Wichmann Huhn, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

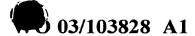
(54) Title: REACTOR SYSTEM FOR CARRYING OUT CHEMICAL REACTIONS IN PARALLEL, IN PARTICULAR POLY-MERISATION REACTIONS

(54) Bezeichnung: REAKTORSYSTEM ZUR PARALLELEN DURCHFÜHRUNG CHEMISCHER REAKTIONEN, INSBESONDERE POLYMERISATIONSREAKTIONEN



(57) Abstract: The invention relates to automatic synthesis equipment for carrying out chemical reactions with the aid of reflux condensation. Said equipment consists of one or more reactor modules (2), each comprising a reactor (3), one or more feed containers (4) for a respective liquid educt or educt mixture, in addition to one or more dosing and transport devices (5) for transporting the liquid educt or educt mixture from the feed container or containers (4) and dosing it into the reactor (3). According to the invention, each reactor (3) has a respective cover (13), which is configured as a hollow body surrounding a cavity (14) and comprises a supply conduit (15) and an evacuation conduit (16) for supplying and evacuating a heat exchange medium to and from the cavity (14), in addition to one or more through conduits for conducting each liquid educt or educt mixture into the reactor (3).







RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.



Reaktorsystem zur parallelen Durchführung chemischer Reaktionen, insbesondere Polymerisationsreaktionen

5

15

20

Die Erfindung betrifft einen Syntheseautomaten, gebildet aus einem oder mehreren Reaktormodulen.

Der wachsende Bedarf an Syntheseprodukten mit gestiegenen Qualitätsanforderungen hat zur Entwicklung von Syntheseautomaten geführt, worin chemische Synthesen programmgesteuert, ohne manuelle Eingriffe durchgeführt werden.

Hierbei werden häufig Syntheseautomaten mit mehreren Reaktormodulen eingesetzt, um in den Reaktormodulen Parallelreaktionen ablaufen zu lassen.

Chemische Reaktionen werden oft unter Rückflußkühlung durchgeführt. Dabei ergibt sich das Problem, daß es bei kleinen Reaktoren, wie sie für Syntheseautomaten typisch sind, schwierig ist, den Rückflußkühler und die Kühlmittelleitungen im zur Verfügung stehenden Raum zu integrieren.

Aufgabe der Erfindung war es, einen Syntheseautomaten zur Verfügung zu stellen, der die genannten Nachteile nicht aufweist.

Die Aufgabe wird durch einen Syntheseautomaten zur Durchführung von chemischen Reaktionen unter Rückflußkühlung gelöst, gebildet aus einem oder mehreren Reaktormodulen, mit jeweils einem Reaktor, einem oder mehreren Zulaufgefäßen für jeweils ein flüssiges Edukt oder Eduktgemisch sowie mit einer oder mehreren Dosier- und Fördereinrichtungen für die Förderung und Zudosierung von flüssigem Edukt oder Eduktgemisch aus dem Zulaufgefäß (den Zulaufgefäßen) in den Reaktor, der dadurch gekennzeichnet ist, daß jeder Reaktor jeweils einen Deckel aufweist, der als Hohlkörper ausgebildet ist, der einen Hohlraum umschließt, mit einer Zuführleitung und einer Abführleitung für ein Wärmetauschmittel in bzw. aus dem Hohlraum sowie mit einer oder mehreren Durchführleitungen für jedes flüssige Edukt oder Eduktgemisch in den Reaktor.

5

15

30

6

Durch diese konstruktive Ausgestaltung wird der Rückflußkühler in den Reaktordeckel integriert. Damit wird ein miniaturisiertes System zur Verfügung gestellt, das in einfacher Weise durch einen Roboterarm bedient werden kann. Insbesondere kann der nunmehr als Deckel ausgebildete Rückflußkühler beispielsweise zu Reinigungszwecken einfach ausund eingebaut werden.

Durch die Deckelkühlung wird die Bildung von Ablagerungen, sogenanntes Fouling, am Deckel reduziert, mit entsprechend reduziertem Reinigungsaufwand.

Die Erfindung ist nicht eingeschränkt bezüglich des Volumens, der Geometrie oder der Werkstoffe der Reaktoren. Bevorzugt sind jedoch Syntheseautomaten mit Reaktoren, deren Volumen im Bereich von 1 ml bis 100 ml, insbesondere im Bereich von 10 bis 50 ml liegen. Bezüglich der Reaktorgeometrie werden häufig zylindrische Reaktoren eingesetzt, es können jedoch auch beispielsweise quaderförmige Reaktoren eingesetzt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsvariante ist der Deckel eben ausgebildet, insbesondere als ebene Scheibe. Diese geometrische Ausgestaltung ist bezüglich der Herstellbarkeit, der Montage, Abdichtung und Reinigung vorteilhaft.

Zwecks Verbesserung der Wärmeabführung ist eine möglichst gute Durchströmung des Deckelhohlraums durch das Wärmetauschmittel erstrebenswert. Hierfür wird bevorzugt die Zuführleitung für das Wärmetauschmittel dergestalt ausgebildet, daß sie in den Hohlraum des Deckels hineinragt und/oder es wird die Abführleitung für das Wärmetauschmittel in der Weise ausgebildet, daß sie bündig an der den Hohlraum umschließenden Innenwand des Deckels endet.

In einer bevorzugten Ausführungsvariante sind die Durchführleitungen für das oder die flüssigen Edukte oder Eduktgemische dergestalt ausgebildet, daß sie über den unteren Rand des Deckels in den Innenraum des Reaktors hineinragen. Dadurch wird eine Vergleichmäßigung des Rückflusses erreicht, da das Kondensat an den über den unteren Rand des Deckels in den Innenraum des Reaktors hineinragenden Enden der Durchführleitungen abtropft und sich nicht an der Deckelunterseite verteilt.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist der Deckel an seiner Unter- und Oberseite jeweils eine Querschnittserweiterung auf. Dadurch wird die Bedienbarkeit durch einen Roboterarm erleichtert.



Die Erfindung wird im folgenden anhand einer Zeichnung näher erläutert.

Es zeigen im einzelnen:

5 Figur 1 die schematische Darstellung eines Syntheseautomaten 1 mit beispielhaft 20 Reaktormodulen 2 und

Figur 2 die schematische Darstellung eines Deckels 13 für einen Reaktor 3 mit Schnittdarstellung A/A in Figur 2A.

10

15

Der in Figur 1 schematisch dargestellte Syntheseautomat 1 ist beispielhaft mit 20 Reaktormodulen 2 ausgestattet, die jeweils einheitlich bewegbar sind. Jedes Reaktormodul 2 weist jeweils zwei Zulaufgefäße 4 auf sowie jeweils einen Reaktor 3. Für jedes Zulaufgefäß 4 ist jeweils eine Dosier- und Fördereinrichtung 5 vorgesehen, wovon Figur 1 lediglich die Pumpen 10 und die mittels eines Roboterarms bewegbaren Dosierfinger 11 zeigt. Nicht dargestellt ist die Förderleitung zwischen Pumpe 10, Dosierfinger 11 und Zulaufgefäßen 4 bzw. Reaktor 3.

20

25

Figur 2 zeigt die schematische Darstellung einer Ausführungsform eines Deckels 13 für einen Reaktor mit integriertem Rückflußkühler. In der Querschnittsdarstellung in Figur 2 sind vier Durchführleitungen 17 für jeweils ein flüssiges Edukt oder Eduktgemisch in den Reaktor dargestellt. Die als zentraler Doppelkreis dargestellte Durchführung, die keine Bezugsziffer trägt, ist zur Aufnahme eines Rührers bestimmt.

Die Figur 2 verdeutlicht, daß in der dargestellten besonderen Ausführungsform die Zuführleitung 15 für das Wärmetauschmittel in den Hohlraum des Deckels 13 in denselben hineinragt und daß die Abführleitung 16 für das Wärmetauschmittel bündig an der den Hohlraum des Deckels 13 umschließenden Innenwand endet.

30

35

Die Schnittdarstellung A/A in Figur 2a verdeutlicht die Form des Deckels 13 als Hohlkörper, der einen Hohlraum 14 umschließt. In Figur 2a sind darüber hinaus die Durchführleitungen 17 zu erkennen, die über den unteren Rand des Deckels hinaus verlängert sind sowie Zuführleitung 15 und Abführleitung 16 für das Wärmetauschmittel. In Figur 3a ist darüber hinaus zu erkennen, daß der Deckel an seiner Unter- und Oberseite

In Figur 3a ist darüber hinaus zu erkennen, daß der Deckel an seiner Unter- und Oberseite jeweils eine Querschnittserweiterung aufweist.

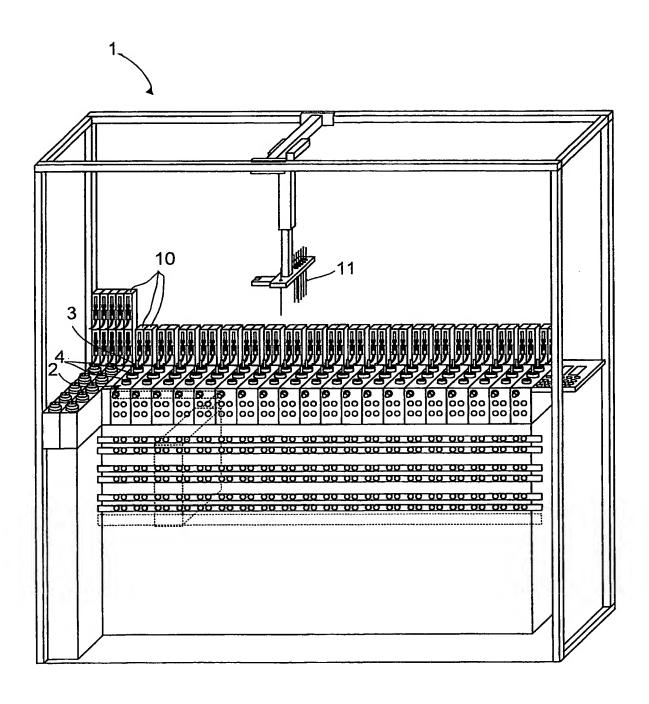
25

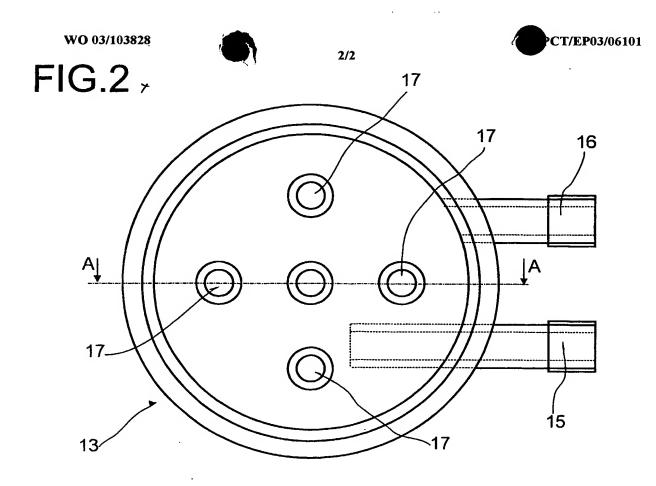
Patentansprüche

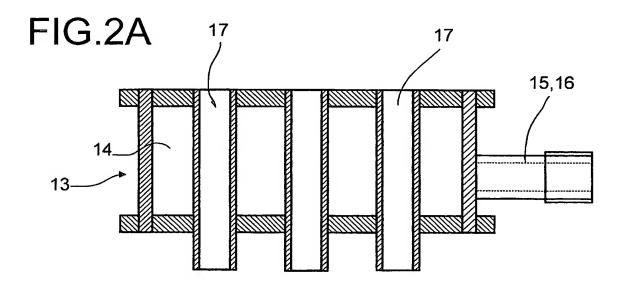
- 5 1. Syntheseautomat (1) zur Durchführung von chemischen Reaktionen unter Rückflußkühlung, gebildet aus einem oder mehreren Reaktormodulen (2) mit jeweils einem Reaktor (3), einem oder mehreren Zulaufgefäßen (4) für jeweils ein flüssiges Edukt oder Eduktgemisch sowie mit einer oder mehreren Dosier- und Fördereinrichtungen (5) für die Förderung und Zudosierung von flüssigem Edukt oder Eduktgemisch aus dem Zulaufgefäß (den Zulaufgefäßen) (4) in den Reaktor (3), dadurch gekennzeichnet, daß jeder Reaktor (3) jeweils einen Deckel (13) aufweist, der als Hohlkörper ausgebildet ist, der einen Hohlraum (14) umschließt, mit einer Zuführleitung (15) und einer Abführleitung (16) für ein Wärmetauschmittel in bzw. aus dem Hohlraum (14) sowie mit einer oder mehreren Durchführleitungen für jedes flüssige Edukt oder Eduktgemisch in den Reaktor (3).
 - 2. Syntheseautomat (1) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Deckel (13) eben ausgebildet ist, bevorzugt als ebene Scheibe.
- 3. Syntheseautomat (1) nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuführleitung (15) für das Wärmetauschmittel in den Hohlraum (14) des Deckels (13) hineinragt und/oder daß die Abführleitung (16) für das Wärmetauschmittel bündig an der den Hohlraum (14) umschließenden Innenwand des Deckels (13) endet.
 - 4. Syntheseautomat (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchführleitung(en) (16) über den unteren Rand des Deckels (13) in den Innenraum des Reaktors (3) hineinragt (hineinragen).
- Syntheseautomat (1) nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß
 der Deckel (13) an seiner Unter- und Oberseite jeweils eine Querschnittserweiterung
 aufweist.



FIG.1







According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

 $\begin{array}{ll} \mbox{Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)} \\ \mbox{IPC 7} & \mbox{B01J} & \mbox{B01L} \end{array}$

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 99 13988 A (LADLOW MARK ;GLAXO GROUP LTD (GB); MITCHELL ADRIAN WALTER (GB)) 25 March 1999 (1999-03-25) abstract page 3, line 7 - line 22 page 4, line 20 -page 5, line 3; figures 4,5	1-5
A	US 3 949 806 A (DUNGES WOLFGANG) 13 April 1976 (1976-04-13) column 1, line 15 - line 50; figure	
A	GB 2 364 258 A (SIMCOCK STUART JOHN) 23 January 2002 (2002-01-23) page 4, line 19 -page 5, line 2 page 8, line 1 - line 19 page 9, line 18 -page 10, line 8; figures 1,3	

X · Further documents are listed in the continuation of box C.	Y Patent family members are listed in annex.
Special categories of cited documents: 'A' document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance 'E' earlier document but published on or after the international filing date 'L' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) 'O' document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means 'P' document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	 'T' later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention 'X' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone 'Y' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. '&' document member of the same patent tamily
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
24 October 2003	03/11/2003
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,	Authorized officer
Fax: (+31-70) 340-2040, 1x. 31 651 650 111,	Nazario, L

C.(Continua	ation) DOCUMENTS CONSIDERED	-1
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6 238 627 B1 (MCGOWAN DAVID CRAIG ET AL) 29 May 2001 (2001-05-29) abstract; figures	
P,X	EP 1 256 378 A (BAYER AG) 13 November 2002 (2002-11-13) abstract paragraph '0035! paragraph '0046!	1-5
~ .	paragraph '0143!; figure 6F	
	•	
		•

INTERINATIONAL SEASON REPORT

Infation on patent family members

PCT/EF 96101

	atent document I in search report		date		Patent family member(s)		Publication date
WO	9913988	A	25-03-1999	AT AU DE WO EP GB JP	244605 T 1225599 A 69816311 D 9913988 A 1015115 A 2345007 A 2001516641 T)1)1)1)1	15-07-2003 05-04-1999 14-08-2003 25-03-1999 05-07-2000 28-06-2000 02-10-2001
US	3949806	Α	13-04-1976	NONE			
GB	2364258	Α	23-01-2002	NONE			
US	6238627	B1	29-05-2001	NONE		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
EP	1256378	A	13-11-2002	DE CA EP JP US	10122491 A 2385280 A 1256378 A 2003075451 A 2002172629 A	1 2	14-11-2002 10-11-2002 13-11-2002 12-03-2003 21-11-2002

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) $IPK \ 7 \ B01J \ B01L$

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

ANDES

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

Kategorie* I	WO 99 13988 A (LADLOW MARK ; GLAXO GROUP LTD (GB); MITCHELL ADRIAN WALTER (GB)) 25. März 1999 (1999-03-25)	Betr. Anspruch Nr.
X	LTD (GB); MITCHELL ADRIAN WALTER (GB))	1-5
	Zusammenfassung Seite 3, Zeile 7 - Zeile 22 Seite 4, Zeile 20 -Seite 5, Zeile 3; Abbildungen 4,5	
A	US 3 949 806 A (DUNGES WOLFGANG) 13. April 1976 (1976-04-13) Spalte 1, Zeile 15 - Zeile 50; Abbildung	
A	GB 2 364 258 A (SIMCOCK STUART JOHN) 23. Januar 2002 (2002-01-23) Seite 4, Zeile 19 -Seite 5, Zeile 2 Seite 8, Zeile 1 - Zeile 19 Seite 9, Zeile 18 -Seite 10, Zeile 8; Abbildungen 1,3	

······································	X · Siehe Anhang∙Patentfamilie
Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen: 'A' Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist 'E' ätteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist 'L' Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zwelfelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) 'O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht 'P' Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	 *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheilegend ist *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
24. Oktober 2003	03/11/2003
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Nazario, L
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,	Nazario, L

INTERNATIONAL PROPERTY OF THE PROPERTY OF THE

Internationales Aktenzeichen.
PCT/E1 406101

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	PC1/EI	96101
C.(Fortsetz	rung) ALS WESENTLICH ANGESER TERLAGEN	'\	
Kalegorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betrach	t kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 6 238 627 B1 (MCGOWAN DAVID CRAIG ET AL) 29. Mai 2001 (2001-05-29) Zusammenfassung; Abbildungen		
Ρ,Χ	EP 1 256 378 A (BAYER AG) 13. November 2002 (2002-11-13) Zusammenfassung Absatz '0035! Absatz '0046! Absatz '0143!; Abbildung 6F		1–5
	. .		•

NIEDINA HUMALER DEUHERUGENBEDIUH

Angaben zu Veröffentlichunger zur selben Patentfamilie gehören

PCT/Er 26101

	_						·
	echerchenbericht Irtes Patentdokumen	t	તહેm der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO	9913988	A	25-03-1999	AT AU DE WO EP GB JP	9913988 A	N 01 N1 N1 N ,B	15-07-2003 05-04-1999 14-08-2003 25-03-1999 05-07-2000 28-06-2000 02-10-2001
US	3949806	Α	13-04-1976	KEI	NE		
GB	2364258	Α	2301-2002.	KEI	NE .		
US	6238627	B1	29-05-2001	KEI	NE		
EP	1256378	A	13-11-2002	DE CA EP JP US	10122491 A 2385280 A 1256378 A 2003075451 A 2002172629 A	\1 \2 \	14-11-2002 10-11-2002 13-11-2002 12-03-2003 21-11-2002